

2 5. 3. 1999.

PRIORITY DOCUMENTEJU
09/646937

REC'D 07 APR 1999

WIPO

대한민국 특허청

KOREAN INDUSTRIAL
PROPERTY OFFICE

별첨 사본은 아래 출원의 원본과 동일함을 증명함.

This is to certify that the following application annexed hereto
is a true copy from the records of the Korean Industrial
Property Office.

출원번호 : 1998년 특허출원 제10607호
Application Number

출원년월일 : 1998년 3월 26일
Date of Application

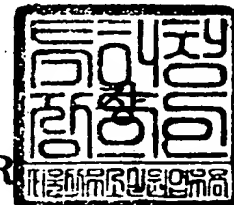
출원인 : 재단법인 한국화학연구소
Applicant(s)



199 9 년 3 월 18 일

특 허 청

COMMISSIONER



특허출원서

【출원번호】 98-010607

【출원일자】 1998/03/26

【발명의 국문명칭】 비닐설폰계 오렌지 반응성 염료

【발명의 영문명칭】 Reactive orange dyes containing vinyl sulfones

【출원인】

【국문명칭】 재단법인 한국화학연구소

【영문명칭】 Korea Research Institute of Chemical Technology

【대표자】 이서봉

【출원인코드】 37500371

【출원인구분】 각급 시험 연구기관

【우편번호】 305-343

【주소】 대전광역시 유성구 장동 100번지

【국적】 KR

【대리인】

【성명】 허상훈

【대리인코드】 S082

【전화번호】 02-567-0131

【우편번호】 135-792

【주소】 서울특별시 강남구 역삼동 831

【대리인】

【성명】 백남훈

【대리인코드】 F229

【전화번호】 02-567-0131

【우편번호】 135-792

【주소】 서울특별시 강남구 역삼동 831

【발명자】

【국문성명】 강명녀

【영문성명】 KANG, Myeong Nyeo

【주민등록번호】 560402-2042738

【우편번호】 305-390

【주소】 대전광역시 유성구 전민동 462-4 청구나래아파트 109동 901호

【국적】 KR

【발명자】

【국문성명】 오세화

【영문성명】 Oh, Sea Wha

【주민등록번호】 431201-2029713

【우편번호】 305-340

【주소】 대전광역시 유성구 도룡동 383-23

【국적】 KR

【발명자】

【국문성명】 김태경

【영문성명】 KIM, Tae Kyung

【주민등록번호】 631010-2108515

【우편번호】 305-333

【주소】 대전광역시 유성구 어은동 99 한빛아파트 135동 903호

【국적】 KR

【발명자】

【국문성명】 조춘화

【영문성명】 CHO, Chun Hwa

【주민등록번호】 710309-2535320

【우편번호】 301-080

【주소】 대전광역시 중구 중촌동 69-4

【국적】 KR

【발명자】

【국문성명】 손일환

【영문성명】 SON, Il Hwan

【주민등록번호】 540316-1036917

【우편번호】 305-345

【주소】 대전광역시 유성구 신성동 152-1 대림두레아파트 103동 1508호

【국적】 KR

【발명자】

【국문성명】 황영호

【영문성명】 HWANG, Young Ho

【주민등록번호】 640810-1920531

【우편번호】 305-345

【주소】 대전광역시 유성구 신성동 152-1 대림두레아파트 101동 708호

【국적】 KR

【발명자】

【국문성명】 김상화

【영문성명】 KIM, Sang Hwa

【주민등록번호】 681126-1703110

【우편번호】 305-345

【주소】 대전광역시 유성구 신성동 152-1 대림두레아파트 103동 1101호

【국적】 KR

【발명자】

【국문성명】 유종현

【영문성명】 YOU, Jong Hyeon

【주민등록번호】 670925-1162827

【우편번호】 305-345

【주소】 대전광역시 유성구 신성동 152-1 대림두레아파트 101동 108호

【국적】 KR

【발명자】

【국문성명】 오성경

【영문성명】 OH, Sung Kyung

【주민등록번호】 660618-1235514

【우편번호】 305-345

【주소】 대전광역시 유성구 신성동 152-1 대림두레아파트 103동 302호

【국적】 KR

【취지】 특허법 제42조의 규정에 의하여 위와 같이 출원합니다.

대리인

허상훈 (인)

대리인

백남훈 (인)

【심사청구】 특허법 제60조의 규정에 의하여 위와 같이 출원심사를 청구합니다.

대리인

허상훈 (인)

대리인

백남훈 (인)

【수신처】 특허청장 귀하

【수수료】

【기본출원료】 15 면 29,000 원

【가산출원료】 0 면 0 원

【우선권주장료】 0 건 0 원

【심사청구료】 2 항 173,000 원

【합계】 202,000 원

【첨부서류】 1. 요약서, 명세서(및 도면) 각 1통

2. 출원서 부분, 요약서, 명세서(및 도면)을 포함하는 FD부분 1통

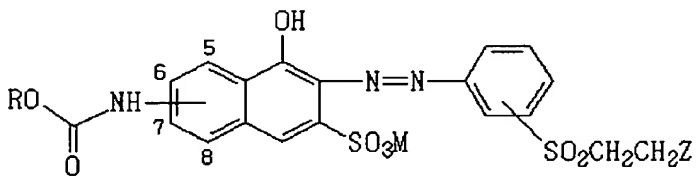
3. 위임장(및 동 번역문)

【요약서】

【요약】

본 발명은 비닐설펜계 오렌지 반응성 염료에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 6(7)-알콕시카보닐아미노-4-하이드록시-2-나프탈렌설펜산 화합물을 염료 모체로 하고, 여기에 아미노페닐- β -에틸설펜 유도체가 아조 커플링되어 있어, 이들을 이용한 침염염색시 내광견뢰도를 비롯하여 세탁, 땀, 염소견뢰도가 뛰어나고 염착률도 다른 단반응기 염료들에 비해 우수한 다음 화학식 1로 표시되는 비닐설펜계 오렌지 반응성 염료에 관한 것이다.

【화학식 1】



상기 화학식 1에서: M은 알칼리금속원자를 나타내고, Z는 -OSO₃M 또는 OC(O)CH₃를 나타내고, R은 탄소원자수 1 내지 4의 알킬기를 나타낸다. 단, 카바메이트기는 C6- 또는 C7- 위치에 치환된다.

【명세서】

【발명의 명칭】

비닐설폰계 오렌지 반응성 염료

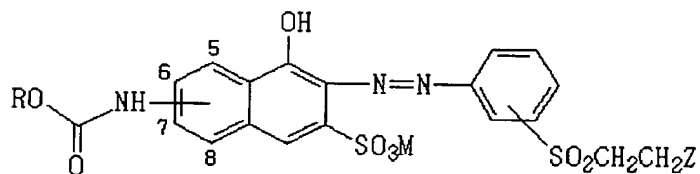
【발명의 상세한 설명】

【발명의 목적】

【발명이 속하는 기술분야 및 그 분야의 종래기술】

본 발명은 비닐설폰계 오렌지 반응성 염료에 관한 것으로서, 더욱 상세하게는 6(7)-알콕시카보닐아미노-4-하이드록시-2-나프탈렌설폰산 화합물을 염료 모체로 하고, 여기에 아미노페닐- β -에틸설폰 유도체가 아조 커플링되어 있어, 이들을 이용한 침염염색시 내광견뢰도를 비롯하여 세탁, 땀, 염소견뢰도가 뛰어나고 염착률도 다른 단반응기 염료들에 비해 우수한 다음 화학식 1로 표시되는 비닐설폰계 오렌지 반응성 염료에 관한 것이다.

화학식 1



상기 화학식 1에서: M은 알칼리금속원자를 나타내고, Z는 $-\text{OSO}_3\text{M}$ 또는 $\text{OC}(\text{O})\text{CH}_3$ 를 나타내고, R은 탄소원자수 1 내지 4의 알킬기를 나타낸다. 단, 카바메이트기는 C6- 또는 C7- 위치에 치환된다.

비닐설폰계 반응기를 가지는 오렌지 반응성 염료의 경우 제반견뢰도, 특히 내광견

【발명이 이루고자 하는 기술적 과제】

따라서, 본 발명은 내광견뢰도를 비롯하여 세탁, 땀, 염소견뢰도가 뛰어나고 염착률도 다른 단반응기 염료들에 비해 우수하여, 단일색은 물론 검정색 조색용으로서 셀룰로스 섬유의 염색에 효과적인 비닐선폰계 오렌지 반응성 염료를 제공하는데 그 목적이 있다.

본 발명은 다음 화학식 1로 표시되는 비닐설폰계 오렌지 반응성 염료에 그 특징이 있다.

3

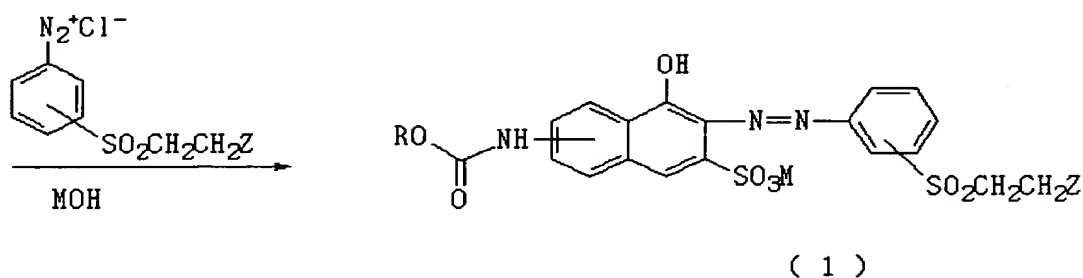
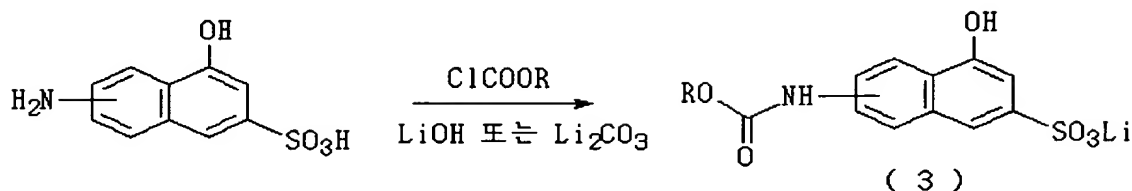
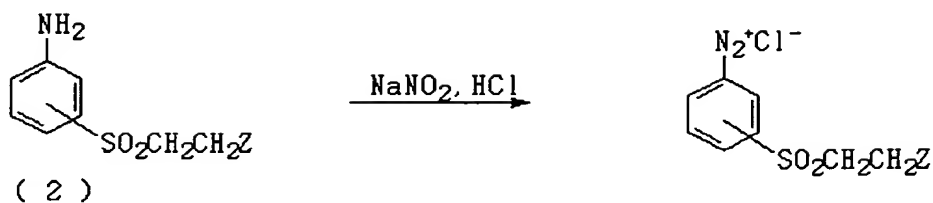
나타내고, R은 탄소원자수 1 내지 4의 알킬기를 나타낸다. 단, 카바메이트기는 C6- 또는 C7- 위치에 치환된다.

또한, 본 발명은

- a) 화학식 2로 표시되는 아미노페닐- β -에틸설펀 유도체를 디아조화하고;
- b) 이와는 별도로 0 ~ 25℃의 조건하에서 LiOH나 Li₂CO₃를 사용하여 pH를 3 ~ 6으로 유지하면서 6(7)-아미노-4-하이드록시-2-나프탈렌설펀산 중화액에 알킬 클로로포메이트를 서서히 첨가하여 축합반응시켜 다음 화학식 3으로 표시되는 6(7)-알콕시카보닐아미노-4-하이드록시-2-나프탈렌설펀산을 제조한 다음;
- c) 상기 a) 및 b)과정에서 얻은 두 반응용액을 0 ~ 5℃ 온도범위내에서 혼합하고 염기를 가하여 pH 6.5 이하로 조정하면서 커플링 반응시켜 화학식 1로 표시되는 비닐설펀계 오렌지 반응성 염료를 제조하는 방법을 포함한다.

본 발명에 따른 화학식 1로 표시되는 비닐설펀계 오렌지 반응성 염료의 제조과정을 간략히 나타내면 다음 반응식 1과 같다.

【반응식 1】



상기 반응식 1에서: M은 알칼리금속원자를 나타내고, Z는 $-\text{OSO}_3\text{M}$ 또는 $\text{OC}(\text{O})\text{CH}_3$ 를 나타내고, R은 탄소원자수 1 내지 4의 알킬기를 나타낸다.

우선, 상기 화학식 2로 표시되는 3(4)-아미노페닐- β -에틸설포 유도체를 디아조화한다. 이때, 디아조화 방법은 통상의 방법으로서 예컨대 0 ~ 5°C의 온도에서 3(4)-아미노페닐- β -에틸설포 유도체를 물에 분산시킨 후 진한 염산과 NaNO_2 를 첨가하여 디아조화 반응을 수행한다.

그리고, 다른 반응용기에서 염기를 사용하여 6(7)-아미노-4-하이드록시-2-나프탈렌설포산을 중화하여 화합물에 존재하는 설포산기($-\text{SO}_3\text{H}$)를 설포산 리튬염($-\text{SO}_3\text{Li}$)으로 전환한다. 이때 사용되는 염기로는 LiOH 또는 Li_2CO_3 를 사용하는 것이 바람직하다. 리튬 염기의 사용량은 6(7)-아미노-4-하이드록시-2-나프탈렌설포산에

대하여 당량비로 투입한다.

그리고, 0 ~ 25℃의 온도에서 LiOH 또는 Li₂CO₃를 사용하여 pH를 3 ~ 6 으로 조정하면서 상기 중화된 6(7)-아미노-4-하이드록시-2-나프탈렌설폰산 리튬염 수용액에 알킬 클로로포메이트(alkyl chloroformate)를 서서히 첨가한다. 이때 리튬 염기 대신에 NaOH, Na₂CO₃, KOH 또는 K₂CO₃를 사용하면 알킬 클로로포메이트가 하이드록시기와도 반응하여 부산물이 생기므로 반드시 리튬 염기를 사용하는 것이 좋다.

이로써 6(7)-아미노-4-하이드록시-2-나프탈렌설폰산의 아미노기(-NH₂)와 알킬 클로로포메이트의 축합반응으로 염료모체인 화학식 3으로 표시되는 6(7)-알콕시카보닐아미노-4-하이드록시-2-나프탈렌설폰산을 합성한다. 여기에서 알킬 클로로포메이트(alkyl chloroformate)의 알킬기로는 메틸, 에틸, n-프로필, n-부틸을 사용한다. 또한, 축합반응용액의 pH를 3 미만으로 유지하게 되면 알킬클로로포메이트가 가수분해되는 문제가 있고, pH가 6을 초과하면 하이드록시기와도 축합반응이 일어나는 문제가 있어 역시 바람직하지 않다. 그리고, 반응온도는 열을 첨가하여 0 ~ 25℃, 바람직하게는 10 ~ 15℃를 유지하도록 하는 바, 반응 온도가 0℃ 미만이면 반응속도가 너무 느린 문제점이 있고, 25℃를 초과하면 부반응이 진행되는 문제가 있어 바람직하지 않다.

그리고나서, 상기에서 제조한 디아조 용액과 축합반응 용액을 혼합하고, 염기를 가하여 반응용액의 pH를 5 내지 6.5 이하로 조정하면서, 0 ~ 5℃ 온도범위내에서 교반하여 본 발명이 목적으로 하는 상기 화학식 1로 표시되는 비닐설폰계 오렌지 반응성 염료를 제조한다. 이때, 반응용액의 pH가 6.5를 초과하게 되면 반응기가

가수분해되는 문제가 있다.

이하 본 발명을 실시예에 의거 더욱 상세히 설명하겠는 바, 본 발명이 실시예에 의해 한정되는 것은 아니다.

실시예 1

4-아미노페닐- β -설페이트에틸설펜 8.44g(0.03 mol)을 물 70 ml에 분산시키고 3N NaNO_2 10.5 ml를 적가한 후 온도를 0 ~ 5°C로 유지한 다음 얼음 10g을 가하였다. 여기에 35% HCl 6.52 ml를 가하여 디아조화하였다. 디아조화가 완료되면 설펜믹산을 가하여 과량의 아질산을 제거하였다.

6-아미노-4-하이드록시-2-나프탈렌설펜산 7.18g(0.03 mol)에 물 60 ml를 가한 후 2N LiOH 수용액 15 ml로 중화하여 녹이고, 2N HCl을 가하여 pH를 5.5 ~ 6.0으로 조정한 후 얼음 30g을 넣었다. 여기에 에틸 클로로포메이트 3.58g(0.033 mol)을 서서히 가하면서 LiOH 수용액을 사용하여 pH를 3 ~ 6으로 조정하면서 반응시켰다. 반응이 완결되면 pH를 6으로 조정한 후 염석하여 여과하였다.

상기에서 얻은 에틸 클로로포메이트를 축합하여 얻은 고체를 물 60 ml에 녹인 후, 디아조액을 가하고, Na_2CO_3 수용액으로 pH를 5.0 ~ 6.5로 조정하면서 0 ~ 5°C의 온도에서 커플링 반응을 완결시킨 후 분사건조하여 화학식 1로 표시되는 비닐설펜계 오렌지 반응성 염료($\text{R}=\text{C}_2\text{H}_5$, $\text{Z}=\text{OSO}_3\text{Na}$)를 얻었다.

$^1\text{H-NMR}$ (300 MHz, DMSO-d_6) : δ 1.26(3H, t), 3.63(2H, t), 3.96(2H, t), 4.16(2H, q), 7.49(1H, s), 7.66(1H, d), 7.80(1H, d), 7.90(2H, d), 7.96(2H, d), 8.41(1H, s), 10.06(1H,

s), 15.50(1H, s)

실시예 2

4-아미노페닐- β -아세톡시에틸설펜 7.30g(0.03 mol)을 물 70 mL에 분산시키고 3N NaNO_2 10.5 mL를 넣은 후 온도를 0 ~ 5°C로 유지한 다음 얼음 10g을 가하였다. 여기에 35% HCl 6.52 mL를 가하여 디아조화하였다. 디아조화가 완료되면 설펜산을 가하여 과량의 아질산을 제거하였다.

6-아미노-4-하이드록시-2-나프탈렌설펜산 7.18g(0.03 mol)에 물 60 mL를 가한 후 2N LiOH 수용액 15 mL로 중화하여 녹이고, 2N HCl을 가하여 pH를 5.5 ~ 6.0으로 조정한 후 얼음 30g을 넣었다. 여기에 에틸 클로로포르메이트 3.58g(0.033 mol)을 서서히 가하면서 LiOH 수용액을 사용하여 pH를 3 ~ 6으로 조정하면서 반응시켜 놓아 두었다.

상기에서 얻은 에틸 클로로포르메이트 축합용액에 디아조액을 가하고, Na_2CO_3 수용액으로 pH를 5.0 ~ 6.5로 조정하면서 0 ~ 5°C의 온도에서 커플링 반응을 완결시킨 후 염석하고 여과하여 화학식 1로 표시되는 비닐설펜계 오렌지 반응성 염료 ($\text{R}=\text{C}_2\text{H}_5$, $\text{Z}=\text{OCOCH}_3$)를 얻었다.

$^1\text{H-NMR}$ (300 MHz, DMSO-d_6) : δ 1.26(3H, t), 1.77(3H, s), 3.72(2H, t), 4.16(2H, q), 4.26(2H, t), 7.49(1H, s), 7.66(1H, d), 7.79(1H, d), 7.90(2H, d), 7.97(2H, d), 8.41(1H, s), 10.05(1H, s), 15.48(1H, s)

실시예 3

4-아미노페닐- β -설페이트에틸설펜 59.07g(0.21 mol)을 물 420 ml에 분산시키고, 35% HCl 43.5 ml를 넣은 후 온도를 0 ~ 5°C로 유지한 다음 얼음 100g을 가하였다.

여기에 3N NaNO₂ 67 ml를 가하여 디아조화하였다. 디아조화가 완료되면 설펜과 미산을 가하여 과량의 아질산을 제거하였다.

7-아미노-4-하이드록시-2-나프탈렌설펜산 47.85g(0.2 mol)에 물 800 ml를 가한 후 5N LiOH 수용액 40 ml로 중화하여 녹인 후 얼음 150g을 넣었다. 여기에 에틸 클로로포메이트 23.87g(0.22 mol)을 서서히 가하면서 LiOH 수용액을 사용하여 pH를 3 ~ 6으로 조정하면서 반응시켜 놓아 두었다.

상기에서 얻은 에틸 클로로포메이트 추출용액에 디아조액을 가하고, NaOH 수용액으로 pH를 5.0 ~ 6.5로 조정하면서 0 ~ 5°C의 온도에서 커플링 반응을 완결시킨 후 분사건조하여 화학식 1로 표시되는 비닐설펜계 오렌지 반응성 염료(R=C₂H₅, Z=OSO₃Na)를 얻었다.

¹H-NMR(300 MHz, DMSO-d₆) : δ 1.26(3H, t), 3.63(2H, t), 3.95(2H, t), 4.17(2H, q), 7.40(1H, s), 7.61(1H, d), 7.75(1H, s), 7.88(2H, d), 7.92(2H, d), 8.15(1H, d), 10.24(1H, s), 15.56(1H, s)

실시예 4

4-아미노페닐- β -아세톡시에틸설펜 12.17g(0.05 mol)을 물 125 ml에 분산시키고 3N NaNO₂ 16.8 ml를 넣은 후 온도를 0 ~ 5°C로 유지한 다음 얼음 30g을 가하였다.

여기에 35% HCl 10.9 ml를 가하여 디아조화하였다. 디아조화가 완료되면 설펜과

믹산을 가하여 과량의 아질산을 제거하였다.

7-아미노-4-하이드록시-2-나프탈렌설폰산 11.96g(0.05 mol)에 물 150 ml를 가한 후 5N LiOH 수용액 10 ml로 중화하여 녹인 후 얼음 70g을 넣었다. 여기에 에틸 클로로포메이트 5.97g(0.055 mol)을 서서히 가하면서 LiOH 수용액을 사용하여 pH를 3 ~ 6으로 조정하면서 반응시켜 놓아 두었다.

상기에서 얻은 에틸 클로로포메이트 축합용액에 디아조액을 가하고, NaOH 수용액으로 pH를 5.0 ~ 6.5로 조정하면서 0 ~ 5℃의 온도에서 커플링 반응을 완결시킨 후 염색하고 여과하여 화학식 1로 표시되는 비닐설폰계 오렌지 반응성 염료($R=C_2H_5$, $Z=OCOCH_3$)을 얻었다.

1H -NMR(300 MHz, DMSO- d_6) : δ 1.26(3H, t), 1.77(3H, s), 3.71(2H, t), 4.17(2H, q), 4.26(2H, t), 7.40(1H, s), 7.61(1H, d), 7.75(1H, s), 7.89(2H, d), 7.94(2H, d), 8.14(1H, d), 10.24(1H, s), 15.53(1H, s)

실시예 5 ~ 20

상기 실시예 1 ~ 4에서와 동일 유사한 제조방법으로 다음 표 1에 나타낸 바와 같은 비닐설폰계 오렌지 반응성 염료를 제조하였다.

【표 1】

구 분	화학식2	R	반응기	색조
실시예 5	γ-산	CH ₃	p-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OS O ₃ Na	붉은 오렌지 색
실시예 6		C ₂ H ₅	m-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OS O ₃ Na	붉은 오렌지 색
실시예 7		C ₃ H ₇	p-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OS O ₃ Na	붉은 오렌지 색
실시예 8		n-C ₄ H ₉	p-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OS O ₃ Na	붉은 오렌지 색
실시예 9		CH ₃	p-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OC OCH ₃	붉은 오렌지 색
실시예 10		C ₂ H ₅	m-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OC OCH ₃	붉은 오렌지 색
실시예 11		C ₃ H ₇	p-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OC OCH ₃	붉은 오렌지 색
실시예 12		n-C ₄ H ₉	p-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OC OCH ₃	붉은 오렌지 색
실시예 13	J-산	CH ₃	p-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OS O ₃ Na	오렌지색
실시예 14		C ₂ H ₅	m-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OS O ₃ Na	오렌지색
실시예 15		C ₃ H ₇	p-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OS O ₃ Na	오렌지색
실시예 16		n-C ₄ H ₉	p-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OS O ₃ Na	오렌지색
실시예 17		CH ₃	p-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OC OCH ₃	오렌지색
실시예 18		C ₂ H ₅	m-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OC OCH ₃	오렌지색
실시예 19		C ₃ H ₇	p-SO ₂ CH ₂ CH ₂ OC 11	오렌지색

실시예 14

$^1\text{H-NMR}$ (300 MHz, DMSO-d_6) : δ 1.26(3H, t), 3.66(2H, t), 3.98(2H, t), 4.18(2H, q), 7.33(1H, s), 7.47~7.68(2H, m), 7.65(1H, s), 7.74(1H, s), 8.19(1H, d), 8.21~8.68(2H, m), 10.06(1H, s)

실시예 18

$^1\text{H-NMR}$ (300 MHz, DMSO-d_6) : δ 1.26(3H, t), 1.75(3H, s), 3.77(2H, t), 4.18(2H, q), 4.29(2H, t), 7.39(1H, s), 7.63(1H, t), 7.68(1H, d), 7.71(1H, d), 7.76(1H, s), 8.16(1H, d), 8.18(1H, d), 8.19(1H, s), 10.23(1H, s), 15.69(1H, s)

실험예

상기에서 얻은 오렌지 반응성 염료 0.02g(1.0% o.w.f. 염색), 0.04g(2.0% o.w.f. 염색) 및 0.06g(3.0% o.w.f. 염색)을 각각 25 ml의 물에 용해한 다음, 면 2g을 넣고 40℃로 승온하고 황산나트륨 0.75g을 넣은 후 계속 가열하여 염색 온도가 60℃가 되면 탄산나트륨 0.5g을 가하고 60분간 염색한 후 찬물로 수세하고, 염색천을 소평액에 넣고 98℃에서 20분간 세정하고 수세, 건조시켰다. 이렇게 하여 얻어진 염색물의 염착률과 제반견뢰도를 측정하였다.

염착률에 있어서, 1.0% o.w.f. 염색인 경우 80 ~ 82% 이었고, 3.0% o.w.f. 염색인 경우 82 ~ 84%로서 단반응기 염료로는 매우 높았다.

일광견뢰도(KS K 0218 직사법)는 1.0% o.w.f. 염색인 경우 3 ~ 4등급, 3.0% o.w.f. 염색인 경우는 4 ~ 5등급을 나타내었다.

세탁견뢰도(KS K 030 A-4), 땀(산성, 알칼리성)견뢰도(AATCC Method 14) 및 염소견뢰도(JIS-0884-1983)는 모두 5등급으로서 뛰어 났고, 균염성 및 재현성도 우수하였다.

【발명의 효과】

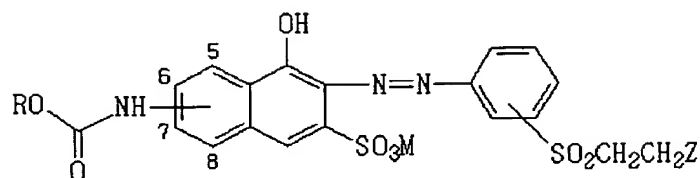
이상에서 설명한 바와 같이 본 발명에 따른 상기 화학식 1로 표시되는 오렌지 반응성 염료는 제반견뢰도는 물론 균염성 및 재현성이 우수하므로 특히, 셀룰로스 섬유 염색 분야에 유용하다.

【특허청구범위】

【청구항 1】

다음 화학식 1로 표시되는 비닐설펜계 오렌지 반응성 염료.

화학식 1

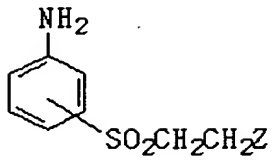


상기 화학식 1에서: M은 알칼리금속원자를 나타내고, Z는 $-\text{OSO}_3\text{M}$ 또는 $\text{OC}(\text{O})\text{CH}_3$ 를 나타내고, R은 탄소원자수 1 내지 4의 알킬기를 나타낸다. 단, 카바메이트기는 C6- 또는 C7- 위치에 치환된다.

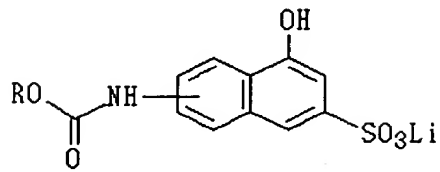
【청구항 2】

- 다음 화학식 2로 표시되는 아미노페닐- β -에틸설펜 유도체를 디아조화하고;
- 이와는 별도로 0 ~ 25℃의 조건하에서 LiOH나 Li_2CO_3 를 사용하여 pH를 3 ~ 6으로 유지하면서 6(7)-아미노-4-하이드록시-2-나프탈렌설펜산 중화액에 알킬 클로로포메이트를 서서히 첨가하여 축합반응시켜 다음 화학식 3으로 표시되는 6(7)-알콕시카보닐아미노-4-하이드록시-2-나프탈렌설펜산을 제조한 다음;
- 상기 a) 및 b)과정에서 얻은 두 반응용액을 0 ~ 5℃ 온도범위내에서 혼합하고 염기를 가하여 pH 6.5 이하로 조정하면서 교반하는 것을 특징으로 하는 다음 화학식 1로 표시되는 비닐설펜계 오렌지 반응성 염료의 제조방법.

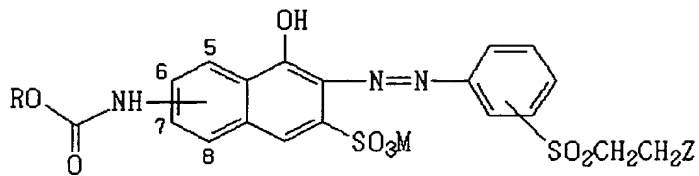
【화학식 2】



【화학식 3】



화학식 1



상기 화학식들에서: M은 알칼리금속원자를 나타내고, Z는 $-\text{OSO}_3\text{M}$ 또는 $\text{OC}(\text{O})\text{CH}_3$ 를 나타내고, R은 탄소원자수 1 내지 4의 알킬기를 나타낸다. 단, 카바메이트기는 C6- 또는 C7- 위치에 치환된다.

THIS PAGE BLANK (USPTO)